

**KOMPOSIT POLIESTER TAK TEPU DIPENGUAT GENTIAN KENAF DAN NANO
ZARAH (MONTMORILONIT)**

Oleh

NOR AZLINA BINTI ISMAIL

Tesis yang diserahkan adalah bagi memenuhi keperluan bagi

Ijazah Sarjana Sains

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

JUN 2011

PENGHARGAAN

Syukur kehadiran Ilahi, Allah yang Maha Esa, Tuhan pemerintah sekalian alam yang Maha Pengasih lagi Maha Pemurah juga Maha Penyayang kerana dengan redha dan rahmat daripada Allah yang Penyayang terhadap hamba-hambanya akhirnya saya berjaya menyiapkan kajian dan tesis ini walaupun terpaksa menempuhi pelbagai dugaan yang menimpa baik daripada persekitaran mahupun kelemahan diri sendiri.

Ucapan penghargaan dan terima kasih yang tidak terhingga saya tujukan khas buat penyelia yang saya hormati dan kagumi, Profesor Dr. Rozman Hj. Din untuk segala bimbingan dan kepercayaan yang diberikan kepada saya serta segala budi yang telah beliau taburkan untuk saya. Ucapan ini juga saya tujukan buat penyelia kedua Dr. Tay Guan seng yang banyak membimbing, nasihat dan sabar sepanjang menyelia saya.

Saya juga berterima kasih kepada yang sangat istimewa buat nenek yang tersayang, ayah, ma, abang, adik-adik dan tunang kerana telah memberi semangat, kasih sayang yang melimpah ruah sebagai penguat jiwa saya dalam menempuhi dugaan sepanjang menyiapkan projek kajian ini.

Ucapan terima kasih yang tidak terhingga ini juga saya tujukan buat Kak Zulia, Kak Yanti, Abang Luqman, Syed, Kak Azni, Eja dan juga Hidayah atas segala semangat dan nasihat serta buah fikiran yang telah diberikan sepanjang menyiapkan kajian ini. Terima kasih juga kerana kerana sudi berkongsi suka dan duka dengan saya.

Penghargaan yang amat istimewa buat pembantu makmal, Kak Aida, Encik Shamsul, Encik Ahmad, Pak Abu, Kak Hasni, Encik Azhar, Encik Khairul dan encik

Farim di atas segala bimbingan dan nasihat serta kerjasama yang telah diberikan. Terima kasih juga buat adik-adik Hafiz, Amin, Hazim, Fahmi, Ida, asz, Syiera, Baiz, serta Aida yang banyak membantu dan memberi semangat serta berkongsi cerita suka dan duka sepanjang projek kajian ini di jalankan.

Ucapan terima kasih juga buat semua yang terlibat sama ada secara langsung atau tidak langsung dalam projek kajian ini. Semoga Allah membalas segala jasa baik dan keikhlasan kalian dalam membantu saya menyiapkan projek kajian ini.

ISI KANDUNGAN

PENGHARGAAN	ii
SENARAI JADUAL	ix
SENARAI RAJAH	x
SENARAI SINGKATAN	xvi
ABSTRAK	xviii
ABSTRACT	xx
1.0 PENGENALAN	1
1.1 objektif	3
2.0 TINJAUAN LITERATUR	
2.1 Polimer komposit	4
2.1.1 Polimer	4
2.1.2 Termoset	6
2.1.3 Komposit	7
2.1.3.1 Kelebihan komposit	9
2.1.3.2 Bagaimana komposit berfungsi	9
2.1.3.3 Faktor-faktor yang mempengaruhi komposit	10
2.2 Matriks	11
2.2.1 Antara muka pengisi dengan matriks	13
2.2.2 Faktor-faktor penting dalam pemilihan matriks	14
2.3 Resin poliester tak tepu	16
2.3.1 Sejarah poliester tak tepu	16
2.3.2 Penghasilan Resin Poliester	17
2.3.3 Monomer	20
2.3.4 Pemangkin	21
2.3.5 Perencat	22
2.3.6 Tindak Balas Pematangan	23

2.4 Pengisi	25
2.4.1 Kenaf	25
2.4.1.1 Pemilihan Kenaf Sebagai Pengisi	27
2.4.2 Montmorillonit	28
3.0 DIKLARASI MASALAH	33
4.0 BAHAN-BAHAN	34
4.1 Matriks Poliester Tak Tepu	34
4.2 Pengisi	34
4.2.1 Pengisi kenaf	34
4.2.2 Pengisi Nano	34
4.3 Metil Etil Keton Peroksida (MEKP)	35
4.4 Kobalt Oktanoat	35
4.5 Malik Anhidrida	35
4.6 Setil Trimetil Ammonium Bromida (CTAB)	36
4.7 Etanol	36
4.8 Argentum Nitrat (AgNO_3)	37
4.9 Hidrokuinon	37
4.10 N,N-Dimetil Formamida (DMF)	38
5.0 KAEDAH EKSPERIMEN	
5. 1 Pengubahsuaian terhadap montmorillonit	39
5.1.1 Pengubahsuaian montmorillonite dengan Setil Trimetil Ammonium Bromida (CTAB)	39
5.1.2 Pengubahsuaian montmorillonite dengan Maleik Anhidrida (MAH)	42

5.2 Penghasilan Tikar Gentian	44
5.3 Formulasi Poliester Tak tepu	44
5.4 Proses penghasilan komposit	45
6.0 PENGUJIAN DAN ANALISIS	
6.1 Ujian Tensil	48
6.2 Ujian Lenturan	48
6.3 Ujian Hentaman	48
6.4 Ujian Penyerapan air Dan Pembengkakan Ketebalan	49
6.5 Analisis dan Ujian	
6.5.1 Analisis Pembelauan Sinar-X (X-Ray Diffraction, XRD)	50
6.5.2 Analisis Termagravimetrik (TGA)	50
6.5.3 FTIR (Fourier Transform Infrared)	50
6.5.4 Analisis Mikroskopi Elektron Pengimbasan dan Analisis Penyerakan Tenaga Sinar-X (<i>Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive X-Ray, SEM-EDX</i>)	51
7.0 KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN	
7.1 Analisis FTIR	53
7.2 Analisis Termagravimetrik (TGA)	56
7.3 Ujian Tensil	
7.3.1 Kesan Kandungan MMT dan Rawatan MMT Dalam Komposit Poliester Tak Tepu Tanpa Pengisi Kenaf	61

7.3.2 Kesan Kandungan MMT Dalam Komposit Poliester Tak Tepu

Terisi Gentian Kenaf	69
----------------------	----

7.3.3 Kesan Kandungan MMT-CTAB Dalam Komposit Poliester

Tak Tepu Terisi Gentian Kenaf	79
-------------------------------	----

7.3.4 Kesan Kandungan MMT-MAH Dalam Komposit Poliester

Tak Tepu Terisi Gentian Kenaf	87
-------------------------------	----

7.4 Ujian Lenturan

7.4.1 Kesan Kandungan MMT dan Rawatan MMT Dalam Komposit

Poliester Tak Tepu Tanpa Pengisi Kenaf	94
----------------------------------------	----

7.4.2 Kesan Kandungan MMT Dalam Komposit Poliester Tak Tepu

Terisi Pengisi Kenaf	100
----------------------	-----

7.4.3 Kesan Kandungan MMT-CTAB Dalam Komposit Poliester

Tak Tepu Terisi Gentian Kenaf	106
-------------------------------	-----

7.4.4 Kesan Kandungan MMT-MAH Dalam Komposit Poliester

Tak Tepu Terisi Gentian Kenaf	112
-------------------------------	-----

7.5 Ujian Hentaman

7.5.1 Kesan Kandungan MMT dan Rawatan MMT Dalam Komposit

Poliester Tak Tepu Tanpa Pengisi Kenaf	117
----------------------------------------	-----

7.5.2 Kesan Kandungan MMT-UTR Dalam Komposit Poliester Tak

Tepu Terisi Pengisi Kenaf	119
---------------------------	-----

7.5.3 Kesan Kandungan MMT-CTAB Dalam Komposit Poliester

Tak Tepu Terisi Gentian Kenaf	121
-------------------------------	-----

7.5.4 Kesan Kandungan MMT-MAH Dalam Komposit Poliester

Tak Tepu Terisi Gentian Kenaf	123
7.6 Ujian Pembengkakan Ketebalan dan Pertambahan Berat	
7.6.1 Ujian Pembengkakan Ketebalan Dan Pertambahan Berat	
Komposit Poliester Tepu Tanpa Pengisi Kenaf Dengan	
Pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH.	125
7.6.2 Ujian Pembengkakan Ketebalan Dan Pertambahan Berat	
Komposit Poliester Tak Tepu Dengan Pengisi Kenaf Dan	
MMT-UTR	127
7.6.3 Ujian Pembengkakan Ketebalan Dan Pertambahan Berat	
Komposit Poliester Tak Tepu Dengan Pengisi Kenaf Dan	
MMT-CTAB	129
7.6.4 Ujian Pembengkakan Ketebalan Dan Pertambahan Berat	
Komposit Poliester Tak Tepu Dengan Pengisi Kenaf Dan	
MMT-MAH	131
8.0 KESIMPULAN	134
9.0 CADANGAN UNTUK KAJIAN LANJUTAN	136
10.0 RUJUKAN	137

SENARAI JADUAL

Jadual 1	Formulasi komposit poliester tak tepu terisi gentian kenaf.	45
Jadual 2	Keputusan analisis termagravimetrik	57

SENARAI RAJAH

Rajah 1	Struktur asas polimer	5
Rajah 2	Gentian individu yang tertanam di dalam matriks polimer	12
Rajah 3	Antara muka antara gentian dan matriks	13
Rajah 4	Tindak balas penghasilan resin poliester	20
Rajah 5	Monomer Stirena	21
Rajah 6	Batang kenaf yang kering	28
Rajah 7	Struktur pada skala yang berbeza	29
Rajah 8.1	Gambar rajah montmorillonit	30
Rajah 8.2	Struktur montmorillonit dalam bentuk konvensional komposit, interkalasi dan eksfoliasi	32
Rajah 9	Struktur Kimia MEKP	35
Rajah 10	Struktur MAH	35
Rajah 11	Struktur kimia CTAB.	36
Rajah 12	Struktur kimia Etanol	36
Rajah 13	Struktur kimia Hidrokuinon	37
Rajah 14:	Struktur kimia DMF	38
Rajah 15	Pengubahsuaian montmorillonit dengan Setil Trimetil Ammonium Bromida (CTAB)	41
Rajah 16	Pengubahsuaian montmorillonit dengan MAH	43
Rajah 17	Kaedah infusi resin ke dalam mat	47
Rajah 18	Keputusan spektrum FTIR MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	53

Rajah 19	Graf analisis termogravimetrik bagi gentian kenaf	60
Rajah 20	Kekuatan tensil komposit poliester tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	62
Rajah 21	Keputusan modulus tensil komposit poliester tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	66
Rajah 22	Keputusan keliatan tensil komposit poliester tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	68
Rajah 23	Keputusan pemanjangan tensil komposit tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	69
Rajah 24	Keputusan kekuatan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-UTR	71
Rajah 25	Keputusan SEM bagi 50% Pengisi Kenaf dan 5% MMT-UTR (Mag=2.38 Kx)	71
Rajah 26	Keputusan SEM bagi 50% Pengisi Kenaf dan 1% MMT-UTR (Mag=1.50 Kx)	73
Rajah 27	Modulus tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-UTR	74
Rajah 28	Keliatan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-UTR	76

Rajah 29	Keputusan pemanjangan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-UTR	77
Rajah 30	Keputusan SEM menunjukkan matriks poliester masuk ke dalam kapilari pengisi kenaf (Mag=850x)	78
Rajah 31	Keputusan kekuatan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-CTAB	79
Rajah 32	Keputusan SEM taburan pengisi kenaf pada 50% kenaf dan 1% CTAB (Mag=51x)	80
Rajah 33	Keputusan modulus tensil komposit kengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-CTAB	85
Rajah 34	Keliatan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-CTAB	86
Rajah 35	Pemanjangan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-CTAB	87
Rajah 36	Kekuatan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-MAH	89
Rajah 37	Keputusan SEM bagi 50% Pengisi Kenaf dan 5% MMT-MAH (Mag=5.0 Kx)	90
Rajah 38	Keputusan analisis XRD bagi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH.	90
Rajah 39	Modulus tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-MAH	91

Rajah 40	Keputusan keliatan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-MAH	92
Rajah 41	Pemanjangan tensil komposit dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi nano MMT-MAH	93
Rajah 42	Keputusan kekuatan lenturan komposit poliester tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT- CTAB dan MMT-MAH	95
Rajah 43	Keputusan modulus lenturan komposit poliester tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	97
Rajah 44	Keputusan keliatan lenturan komposit poliester tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	99
Rajah 45	Keputusan kekuatan lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR	101
Rajah 46	Keputusan modulus lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR	104
Rajah 47	Keputusan keliatan lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR	105
Rajah 48	Keputusan kekuatan lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-CTAB	106

Rajah 49	Keputusan modulus lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-CTAB	110
Rajah 50	Keputusan keliatan lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-CTAB	111
Rajah 51	Kekuatan lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-MAH	113
Rajah 52	Modulus lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-MAH	115
Rajah 53	Keliatan lenturan komposit poliester tak tepu dengan pengisi gentian kenaf melawan kandungan pengisi MMT-MAH	116
Rajah 54	Keputusan kekuatan hentaman komposit poliester tak tepu tanpa pengisi kenaf melawan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH.	118
Rajah 55	Keputusan kekuatan hentaman komposit poliester tak tepu dengan pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR	120
Rajah 56	Keputusan kekuatan hentaman komposit poliester tak tepu dengan pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-CTAB	122
Rajah 57	Kekuatan hentaman komposit poliester tak tepu dengan pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-MAH	124
Rajah 58	Keputusan pembengkakan ketebalan komposit tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	126

Rajah 59	Keputusan pertambahan berat komposit tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB dan MMT-MAH	126
Rajah 60	Keputusan pembengkakan ketebalan komposit dengan pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR	128
Rajah 61	Keputusan pertambahan berat komposit dengan pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-UTR	128
Rajah 62	Keputusan pembengkakan ketebalan komposit tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-CTAB	130
Rajah 63	Keputusan pertambahan berat komposit dengan pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-CTAB	130
Rajah 64	Keputusan pembengkakan ketebalan komposit tanpa pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-MAH	132
Rajah 65	Keputusan pertambahan berat komposit dengan pengisi kenaf melawan kandungan pengisi MMT-MAH	133

SENARAI SINGKATAN

MMT	Montmorillonit
CTAB	Setil trimetil ammonium bromida
MAH	Maleik anhidrida
MMT-UTR	Montmorillonit tak terawat
MMT-CTAB	Montmorillonit terawat setil trimetil ammonium bromida
MMT-MAH	Montmorillonit terawat maleik anhidrida
CEC	Kemampuan penukargantian kation
OC	Tanah liat organo
PLSNs	Komposit nano silikat lapisan polimer (Polymer Layer Silicate Nano Composites)
RIT	Teknik infusi resin (Resin Infusion Technique)
FRP	Poliester tak tepu diperkuat gentian (Fibre Reinforced Unsaturated Polyester)
BMC	Sebatian pengacuan pukal (Bulk Molding Compound)
TGA	Analisis termogravimetrik (Thermogravimetric Analysis)
SEM-EDX	Mikroskopi elektron pengimbasan dan analisis penyerakan tenaga sinar-X (Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive X-Ray)
XRD	Pembelauan sinar-X

KOMPOSIT POLIESTER TAK TEPU DIPENGUAT GENTIAN KENAF DAN NANO ZARAH (MONTMORILONIT)

ABSTRAK

Usaha untuk memperbaiki sifat-sifat komposit termoset terisi pengisi lignoselulosik telah dilakukan dalam kajian ini dengan menambah pengisi nano montmorillonite (MMT-UTR) tidak terawat dan terawat. MMT-UTR telah diubahsuai dengan menggunakan setil trimetil ammonium bromida (CTAB) dan malik anhidrida (MAH). Pertambahan pengisi kenaf telah menambah baik sifat-sifat komposit yang dihasilkan. Peningkatan yang optimum telah dicapai sehingga pada penambahan 50% pengisi kenaf. Analisis gravimetri terma menunjukkan bahawa sifat-sifat terma komposit terisi MMT telah meningkat berbanding polimer tulen.

Dalam kajian ini teknik penekanan tanpa mengenakan haba telah digunakan untuk proses pematangan. Ujian tensil, lenturan hentaman dan juga kestabilan dimensi telah dilakukan untuk mengkaji kesan penambahan pengisi kenaf dan pengisi MMT-UTR, MMT-CTAB serta MMT-MAH ke dalam komposit yang telah dihasilkan. Berdasarkan pemerhatian yang telah dilakukan, keputusan komposit terisi pengisi kenaf tanpa pengisi MMT telah menunjukkan peningkatan dengan pertambahan pengisi kenaf. Keputusan terus mengalami peningkatan setelah penambahan MMT-UTR dilakukan ke dalam komposit. Penambahan MMT-UTR telah menunjukkan kesan peningkatan yang ketara terhadap sifat-sifat mekanik komposit poliester tak tepu. Seterusnya penambahan MMT-CTAB dan MMT-MAH dilakukan terhadap komposit poliester tak tepu, dan sifat-sifat mekanik telah mengalami peningkatan

juga. Daripada keputusan yang diperoleh MMT-MAH telah menunjukkan sifat-sifat yang lebih baik berbanding MMT-UTR dan MMT-CTAB. Ujian kestabilan dimensi pula menunjukkan kadar penyerapan air meningkat dengan pertambahan pengisi kenaf dan terus meningkat setelah penambahan MMT-UTR dilakukan ke dalam komposit poliester tak tepu tetapi setelah MMT-CTAB dan MMT-MAH dilakukan ke dalam kadar penyerapan air menurun.

UNSATURATED POLYESTER COMPOSITES REINFORCED WITH KENAF FIBER AND NANO CLAY (MONTMORILLONITE)

ABSTRACT

An effort to improve lignocellulosic composites properties was carried out in this research by montmorillonite (MMT-UTR) addition into the unsaturated polyester composites with unmodified and modified MMT. MMT-UTR was treated with cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB) and maleic anhydride (MAH). Result shows the increase of composites properties in the increasing of kenaf loading until the optimum point at additional 50% of kenaf loading. The thermogravimetric analysis showed that the addition of MMT into the polyester composites was enhanced the thermal properties of the composites.

In this research composites were produced in room temperature. Tensile, flexural, impact and dimensional stability testing were carried out to investigate the effect of addition of kenaf, MMT-UTR, MMT-CTAB and MMT-MAH into unsaturated polyester composites. Based on unsaturated polyester composites filled with kenaf and without MMT-UTR, result shows the increase in properties with the increment of kenaf loading. The addition of MMT-UTR resulted improvement in mechanical properties. Meanwhile, addition of MMT-CTAB and MMT-MAH into the unsaturated polyester composites also enhanced the mechanical properties. MMT-MAH addition in polyester composite showed better enhancement than MMT-UTR and MMT-CTAB. Dimensional stability test shows that water absorption were

increased with increasing the kenaf loading and MMT-UTR. However after addition MMT-CTAB and MMT-MAH into the unsaturated polyester composites the water absorption was decreased.

1.0 PENGENALAN

Keprihatinan terhadap alam sekitar dan kesannya kepada kehidupan seharian manusia telah memberi kesedaran kepada para penyelidik untuk menggunakan bahan terbaharu dalam pembuatan komposit. Dengan kata lain, penyelesaian masalah alam sekitar yang cekap telah diperolehi dengan menghasilkan bahan yang bersifat mesra alam. Perhatian telah diberikan kepada penggantian bahan konvensional petroleum berasaskan plastik kepada bahan berasaskan biopolimer, seperti poliester yang bersifat biorosot, protein dan polisakarida.

Penghasilan komposit sekarang mengambil kira tentang beberapa perkara iaitu kos, kualiti dan kepelbagaian penggunaan gentian. Komposit merupakan bahan pepejal yang terhasil daripada gabungan dua atau lebih bahan yang berlainan untuk memperoleh ciri-ciri yang lebih baik yang tidak diperolehi jika hanya salah satu komponen wujud dalam sistem komposit tersebut (Ismail, 2004).

Sejak kebelakangan ini komposit yang diperkuat oleh gentian semula jadi semakin mendapat perhatian para penyelidik berbanding gentian konvensional. Gentian semula jadi digunakan sebagai bahan penguat dalam bidang komposit kerana gentian tersebut menyediakan pelbagai kelebihan berbanding gentian konvensional (Gassan dan Gutowski, (2000), Jacob et al., (2004), Dhakal et al., (2007)). Hal ini kerana gentian semula jadi menyediakan banyak kelebihan seperti kebolehan terbiorosot secara semula jadi, ketumpatan yang rendah, tidak bertoksik, boleh diperolehi dalam kuantiti yang banyak dengan harga yang murah dan juga boleh diperbaharui. Contoh gentian semula jadi yang mendapat perhatian para penyelidik ialah kenaf, jut, flaks, rami, sabut kelapa dan gentian kelapa sawit. Gentian semula jadi boleh diperolehi secara relatifnya pada harga yang rendah, secara tidak langsung dapat mengurangkan kos penghasilan komposit.

Teknik penekanan panas dan pengacuan suntikan merupakan kaedah sinonim dalam penghasilan komposit yang diperkuatkan gentian semula jadi. Teknik pengacuan suntikan dapat meningkatkan tahap penyebaran matriks dan secara tidak langsung dapat meningkatkan sifat-sifat tensil dan lenturan. Kaedah ini juga memberikan tahap kebasahan matriks kepada gentian yang tinggi. Komposit poliester tak tepu yang diperkuat oleh gentian semula jadi semakin mendapat perhatian. Hal ini kerana poliester tak tepu mempunyai sifat-sifat yang boleh terbiodegrasi, harga yang murah, kerintangan yang tinggi terhadap bahan kimia, memberi sifat-sifat mekanik yang lebih baik dan juga mudah dikendalikan (Khan et al., 2009).

Montmorillonit (MMT) merupakan pengisi nano yang digunakan secara meluas dalam bidang komposit. Penambahan dalam kuantiti yang sedikit (1-5% berasaskan berat) ke dalam komposit dapat meningkatkan kekuatan mekanik dan juga kestabilan terma. Hal ini disebabkan sifatnya yang bersaiz nano dapat tersebar secara menyeluruh di dalam matriks polimer. Apabila pengisi nano tersebar di dalam matriks secara sekata dan eksfoliasi, keadaan ini akan meningkatkan sifat-sifat mekanik komposit. Namun begitu, terdapat masalah penggumpalan berlaku semasa proses percampuran dilakukan. Penggumpalan akan memberi kesan negatif kepada sifat mekanik sesuatu komposit. Bagi mengatasi masalah ini, proses rawatan pengubahsuaian permukaan MMT dilakukan. Proses ini dikenali sebagai penukar gantian kation. Bagi mencapai pengubahsuaian MMT yang sempurna, kemampuan penukar gantian ion (CEC) perlu diketahui dan bahan organik yang boleh memasuki ruang di antara lapisan-lapisan MMT perlu dikenal pasti.

Dalam kajian ini, komposit poliester yang berasaskan gentian kenaf dan pengisi nano (MMT) telah dihasilkan. Perhatian terhadap gentian kenaf telah diambil kerana keistimewaan sifat-sifatnya, seperti mempunyai ketumpatan yang rendah, mudah diperolehi, tidak bertoksik dan juga boleh didapati dalam kuantiti yang banyak dengan harga yang rendah. Kriteria-kriteria seperti ini sangat penting dan perlu diambil kira semasa proses penghasilan komposit dilakukan bagi mengurangkan kos pembuatan dan penghasilan komposit yang mempunyai sifat mekanik yang baik. Gabungan resin poliester tak tepu dengan gentian kenaf yang dijangkakan menghasilkan sifat mekanik yang lebih baik. Selain itu, kesan penambahan MMT ke dalam poliester tak tepu juga dikaji.

1.1 Objektif

- Menghasilkan komposit poliester tak tepu berasaskan gentian kenaf dan pengisi nano dengan kaedah teknik infusi resin (Resin Infusion Technique).
- Menghasilkan kombinasi terbaik komposit poliester tak tepu dengan kandungan kenaf dan pengisi nano yang berbeza.
- Mengkaji sifat-sifat mekanikal dan fizikal komposit poliester yang terhasil daripada kandungan gentian kenaf dan pengisi nano yang berbeza.

2.0 TINJAUAN LITERATUR

2.1 Polimer Komposit

2.1.1 Polimer

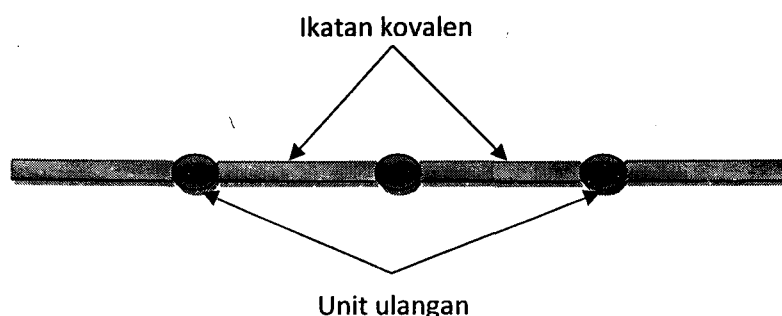
Polimer berasal daripada perkataan klasik Greek iaitu "*poly*" yang bermaksud banyak manakala perkataan "*meres*" pula bermaksud bahagian. Polimer ialah rantaian molekul panjang dan mempunyai unit ulangan yang banyak seperti struktur. Sesetengah polimer seperti protin, selulosa, dan sutera boleh ditemui secara semula jadi, manakala polimer lain seperti polistirena, polietilena dan nilon hanya dihasilkan daripada bahan sintetik. Dalam sesetengah kes, polimer sintetik boleh dihasilkan secara semula jadi. Contoh yang paling jelas ialah getah asli (i.e., Hevea), yang dikenali sebagai poli-isoprena (Fried., 1995)

Kemunculan sains polimer telah dikesan sekitar pertengahan abad ke-19. Pada tahun 1830, Charles Goodyear telah mengembangkan proses pemvulkanan yang telah mengubah getah asli yang melekit kepada getah yang bernilai digunakan dalam penghasilan tayar. Pada tahun 1847, Christian F. SchÖnbein telah menghasilkan selulosa terasetat dengan kaedah tindak balas selulosa dengan asid nitrik. Pada tahun 1907, Leo Baekeland menghasilkan Bakelite (resin fenol fomaldehid), dan resin gliptal (resin poliester tak tepu) telah dikembangkan sebagai pelindung penglitup oleh General Electric pada 1912.

Pada tahun 1930, penyelidik dari Du Pont di United States telah menghasilkan pelbagai polimer baru termasuk getah sintetik dan bahan lain seperti nilon dan Teflon. Pada tahun 1938, Dow telah menghasilkan beberapa tan poli stirena dan pada tahun 1939 poli etilena (ketumpatan rendah) telah dihasilkan buat

pertama kali oleh ahli sains ICI di di England. Pelbagai usaha telah dilakukan untuk mengembangkan bahan-bahan polimer.

Polimer merupakan molekul yang terbentuk daripada molekul kecil yang terikat bersama dengan ikatan kimia. Polimer boleh dibahagikan kepada dua kumpulan, iaitu termoplastik dan termoset. Termoplastik berbentuk pepejal pada suhu bilik dan menjadi cair atau lembut apabila dikenakan pada suhu yang tinggi. Termoplastik boleh dibentuk berulang kali dengan mengenakan suhu yang lebih tinggi daripada takat leburnya. Manakala bagi termoset pula, proses pematangan dilakukan dengan mendedahkan resin termoset pada suhu yang tinggi atau menambah mangkin pada resin tersebut dan ia tidak boleh dibentuk semula. Termoset mempunyai kestabilan terma yang lebih tinggi berbanding dengan termoplastik. Hal ini kerana termoset mempunyai ikatan yang kuat antara rantai polimer, tetapi termoset lebih sukar diproses dan kitaran pengacuannya lebih panjang berbanding dengan termoplastik.



Rajah 1: Struktur asas polimer. Diambil daripada Rozman (2002)

2.1.2 Termoset

Termoset merupakan bahan plastik yang pada awalnya berbentuk cecair yang dimatangkan sama ada dengan haba atau mangkin untuk menghasilkan bahan yang tidak larut. Ia melalui pempolimeran yang melibatkan perubahan yang tidak boleh berpatah balik. Proses ini bergantung kepada suhu, jenis resin dan kepekatan pemula atau agen pemula yang digunakan. Kebiasaannya haba akan dibekalkan sewaktu pemprosesan dilakukan. Tindakan ini bertujuan untuk memulakan tindak balas kimia yang akan membentuk rangkaian paut silang yang tetap antara rantai-rantai di dalam matriks. Keadaan ini akan memberikan sifat kestabilan terma yang lebih tinggi berbanding termoplastik. Hal ini adalah kerana termoset mempunyai ikatan yang kuat antara rantai polimer, tetapi termoset lebih sukar untuk diproses dan kitaran pengacuannya lebih panjang berbanding termoplastik.

Sistem termoset yang paling utama ialah resin poliester tak tepu, resin epoksi dan juga resin fenolik. Resin poliester tak tepu adalah yang paling popular digunakan, hal ini kerana ia mudah dikendalikan. Terdapat 85% resin poliester tak tepu telah digunakan untuk menghasilkan komposit poliester tak tepu diperkuatkan pengisi gentian (FRP) Kothandaraman dan Devi, (1996). Menurut Anonymous (1992), beliau menyatakan bahawa proses pematangan termoset boleh dikelaskan kepada dua peringkat, iaitu semasa resin yang terletak di dalam acuan dikenakan suhu, proses pematangan telah bermula tetapi pada kadar yang perlahan. Keadaan ini adalah disebabkan oleh konduktiviti haba yang rendah dalam komposit tersebut, hal ini adalah kerana wujudnya perbezaan di antara suhu pada permukaan dan bahagian dalam komposit. Suhu di bahagian permukaan komposit adalah lebih tinggi berbanding suhu di dalam komposit. Manakala peringkat kedua pula merujuk kepada tempoh pematangan sesuatu komposit yang dihasilkan. Pada awalnya tindak balas

hanya akan berlaku pada permukaan komposit, pada takat ini suhu yang dicapai adalah suhu maksimum. Oleh yang demikian, haba yang terhasil semasa proses pematangan akan meningkatkan suhu di bahagian dalam komposit. Keadaan ini akan menyebabkan berlakunya proses paut silang.

Proses paut silang secara tidak langsung akan mewujudkan fenomena eksoterma yang tinggi serta konduktiviti haba yang rendah di dalam komposit yang dihasilkan. Keadaan ini akan menyebabkan produk yang dihasilkan mudah menggeleding (Anonymous, 1992). Manakala Plesu *et al.*, (1994) pula menyatakan bahawa sekiranya fenomena eksoterma berlaku, keadaan ini akan menyebabkan proses pematangan yang tidak sekata. Sekiranya masa dipendekkan bagi mempercepatkan proses pematangan, suhu pula terpaksa ditingkatkan, hal ini akan menyebabkan kenaikan suhu secara mendadak di dalam komposit tersebut. Keadaan ini akan memberi kesan akhir kepada komposit yang dihasilkan, iaitu akan memberi kesan penyahwarnaan serta akan merosakkan produk yang dihasilkan.

2.1.3 Komposit

Komposit ialah gabungan dua atau lebih bahan yang mempunyai sifat-sifat tertentu yang dapat dipisahkan secara fizik dan mekanik. Komposit boleh dikelaskan kepada lima kategori, iaitu komposit gentian yang terdiri daripada gentian dengan atau tanpa matriks, komposit kepingan yang terdiri daripada kepingan dengan atau tanpa matriks, komposit partikel yang terdiri daripada partikel dengan atau tanpa matriks. Komposit terisi atau komposit rangka yang terdiri daripada matriks rangka berselanjat yang terisi dengan bahan kedua, komposit laminat yang terdiri daripada konstituen lapisan atau laminat (Ismail, 2004).

Polimer terisi gentian organik telah digunakan secara meluas dalam pelbagai kegunaan. Contohnya bahan struktur telah menggunakan gentian organik kerana kehadiran pengisi telah meningkatkan kekuatan dan modulus tensil bagi produk yang dihasilkan. Komposit termoset yang diperkuat dengan pengisi gentian juga mempunyai kerintangan rekahan yang baik (Ismail et al., 2001). Sifat dan jenis gentian yang digunakan dalam penghasilan komposit akan memberi kesan kepada sifat-sifat mekanik komposit tersebut.

Visconti,(1992) menyatakan bahawa terdapat beberapa kriteria yang perlu diambil kira semasa proses penghasilan komposit iaitu aspek pemasaran, teknikal dan juga aspek ekonomi. Aspek pemasaran bermaksud kebolehan sesuatu produk yang dihasilkan untuk memberikan keuntungan, kualiti sesuatu produk yang dihasilkan dan juga permintaan produk dalam bidang perindustrian. Aspek teknikal terbahagi kepada mekanik statik dan mekanik dinamik. Mekanik statik merujuk kepada pemerhatian terhadap sifat-sifat mekanik terhadap produk yang dihasilkan, seperti kekuatan, kekakuan, keliatan, kadar pemanjangan dan kekerasan permukaan serta kerintangan sesuatu bahan untuk rosak. Manakala mekanik dinamik pula dapat dijelaskan dengan cara pemerhatian yang dilakukan, iaitu kebolehan sesuatu bahan untuk menanggung beban yang dikenakan, hentaman dan juga kelembapan. Aspek ekonomi pula merujuk kepada kos dan jenis bahan mentah yang digunakan, pemprosesan atau kaedah yang digunakan, kemasiapan serta kesan ekologi terhadap alam sekitar.

2.1.3.1 Kelebihan komposit

Kombinasi antara matriks dan gentian dapat meningkatkan sifat kekuatan, kekakuan dan keliatan komposit tersebut. Disamping itu peningkatan modulus spesifik (modulus/ketumpatan) dan kekuatan spesifik (kekuatan/ ketumpatan) telah menyebabkan berat komposit semakin berkurang, dengan kata lain berat komposit dapat dikurangkan tetapi sifat-sifat mekanik dapat ditingkatkan. Selain itu, peningkatan rintangan ketelapan terhadap gas dan cecair, iaitu rintangan kimia juga dipertingkatkan. Perkara yang paling penting ialah kos pengeluaran dapat dikurangkan kerana bahan yang digunakan telah berkurang. Di samping itu juga pengisi gentian mudah, murah serta boleh diperolehi dalam kuantiti yang banyak.

2.1.3.2 Bagaimana komposit berfungsi

Secara umumnya komposit terdiri daripada dua komponen penting, iaitu gentian penguat dan bahan matriks. Elemen penguat berfungsi sebagai bahan yang menanggung beban yang dikenakan terhadap komposit tersebut (tensil, lenturan dan lain-lain). Bahan matriks pula memberikan sifat kekakuan terhadap komposit tersebut. Apabila beban dikenakan ke atas komposit, daya beban akan dipindahkan daripada satu gentian kepada gentian yang lain melalui matriks atau daripada matriks kepada gentian. Sifat kerapuhan komposit berkait rapat dengan kekakuan matriks. Sekiranya matriks tersebut bersifat lebih kaku, ini akan menyebabkan komposit tersebut bersifat lebih rapuh. Bagi mengatasi masalah kerapuhan komposit, kombinasi gentian dan matriks dapat menghasilkan bahan komposit yang lebih kuat berbanding komposit tanpa pengisi (Ismail et al., 2001).

Apabila sesuatu komposit dikenakan beban dan gentian tersebut putus, beban daripada bahagian gentian yang putus akan dipindahkan kepada matriks dan seterusnya akan dipindahkan kepada gentian yang berdekatan. Mekanisma peralihan beban melibatkan tegasan ricihan dalam matriks. Matriks mempunyai ketumpatan, kekakuan (modulus) dan kekuatan yang lebih rendah berbanding bahan gentian penguat (pengisi). Akan tetapi kombinasi dua unsur utama dalam komposit (matriks dan gentian) telah menghasilkan kekuatan dan kekakuan yang tinggi pada ketumpatan yang rendah (Ismail, 2004).

Matriks berfungsi sebagai struktur yang memegang dan mengekalkan kedudukan gentian dan mengekalkan kedudukannya, manakala pengisi menghasilkan sifat-sifat yang diinginkan. Tindak balas kimia tidak berlaku antara dua fasa tersebut melainkan pengikatan antara muka di antara matriks dan pengisi.

2.1.3.3 Faktor-faktor yang mempengaruhi sifat komposit

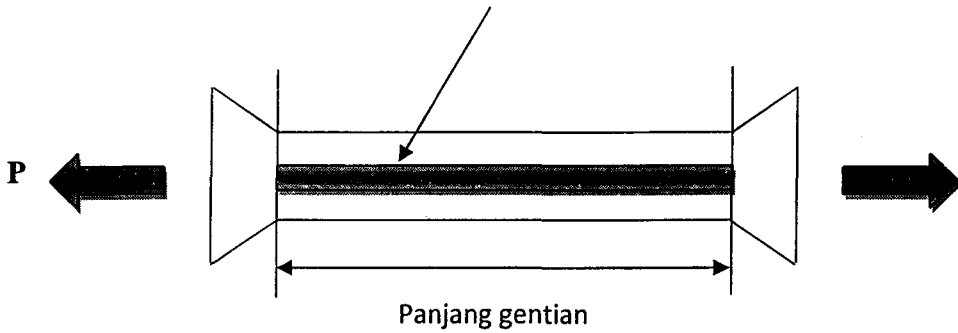
Faktor-faktor seperti sifat bahan pengisi, penyebaran gentian dan interaksi antara matriks dengan gentian akan mempengaruhi sifat komposit berasaskan gentian semula jadi (Rozman et al., 1998). Selain itu terdapat beberapa faktor lain yang mempengaruhi sifat komposit, seperti sifat gentian iaitu saiz dan bentuk gentian yang digunakan serta kandungan gentian. Komposit gentian semula jadi dihasilkan dalam pelbagai bentuk untuk tujuan yang tertentu, seperti pembungkusan, orientasi, perekatan dengan matriks atau pemprosesan. Peratusan gentian yang digunakan sangat mempengaruhi kekuatan mekanik komposit gentian semula jadi, dengan menganggap gentian mempunyai kekuatan yang lebih tinggi daripada matriks (Rozman et al., 2001a, Rozman et al., 2001b).

Penyebaran gentian secara sekata juga dapat meningkatkan kekuatan mekanik komposit. Penyebaran gentian secara individu tanpa berlaku penggumpalan gentian dalam matriks akan meningkatkan sifat-sifat komposit yang dihasilkan. Bahan pengisi dalam bentuk serbuk dapat tersebar dengan sekata berbanding gentian dalam bentuk gentian. Orientasi pengisi merujuk kepada arah taburan gentian di dalam sesuatu matriks, manakala jenis pengisi yang digunakan akan mempengaruhi bergantung kepada jenis pengisi yang digunakan. Hal ini kerana pengisi lignoselulosik yang berlainan mempunyai kandungan selulosa, lignin dan hemiselulosa yang berlainan. Tandan kelapa sawit kosong mengandungi 65% selulosa dan 95% lignin manakala kelapa pula mengandungi 32-43% selulosa dan 40-45% lignin (Sreekala et al., 2003). Perbezaan komposisi kimia bagi sumber yang berlainan menjelaskan kesesuaian bahan lignoselulosik untuk dijadikan sebagai bahan pengisi dalam penghasilan komposit polimer yang diperkuat pengisi lignoselulosik.

2.2 Matriks

Matriks ialah fasa selanjut bagi komposit yang memegang bahan penguat dalam sistem komposit. Matriks berfungsi dengan cara memegang gentian pada tempatnya, melindungi gentian daripada terdedah kepada persekitaran, memindahkan beban daripada satu gentian kepada gentian yang lain, dan juga melindungi gentian daripada pelepasan mekanik. Dalam penghasilan komposit, matriks dan pengisi tidak berlaku sebarang tindak balas kimia, melainkan hanya ikatan antara muka terbentuk di antara matriks dengan pengisi. Gambaran gentian tertanam di dalam matriks dapat dilihat pada Rajah 2.

Gentian individu yang ditanamkan di dalam matriks polimer



Rajah 2: Gentian individu yang ditanamkan di dalam matriks polimer.

Diambil daripada Shawkataly dan Rozman (2004)

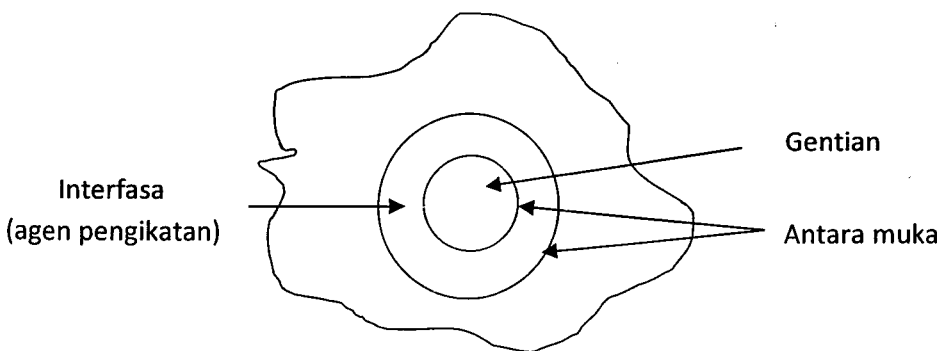
Secara umumnya fasa matriks merupakan bahan pepejal dan mampu memindahkan tegasan yang dikenakan terhadap fasa pengukuhan yang bertindak sebagai media alas beban. Fasa matriks juga hendaklah mampu untuk mengagihkan beban yang dikenakan terhadap fasa pengukuhan yang berdekatan. Disamping itu juga, fasa matriks perlu berupaya untuk menjaga fasa pengukuhan daripada kerosakan oleh agen perosotan persekitaran seperti haba dan lembapan. Selain itu, fasa matriks juga berfungsi sebagai pengikat yang memegang fasa pengukuhan untuk menghasilkan antara muka matriks dengan fasa pengukuhan yang kuat dan berkesan (Ismail, 2004).

Dash *et al.* (2000) menyatakan bahawa matriks memerlukan interaksi yang berkesan dengan bahan pengisi. Fasa penyebaran pengisi di dalam matriks amat penting untuk menyediakan sifat komposit yang baik terutamanya dari segi sifat mekanik. Kelemahan pengisi dan matriks untuk berinteraksi adalah masalah utama dalam penghasilan komposit. Hal ini adalah kerana perbezaan sifat permukaan pengisi dengan matriks, iaitu matriks lebih bersifat hidrofilik manakala pengisi pula bersifat hidrofilik. Perbezaan sifat antara kedua-dua permukaan ini akan member

kesan yang sangat besar terhadap sifat akhir komosit yang dihasilkan. Oleh yang demikian pengubahsuaian terhadap permukaan pengisi perlu dilakukan untuk meningkatkan interaksi dengan matriks Popa dan Popa (1998).

2.2.1 Antara muka pengisi dengan matriks

Kebiasaannya, bahan komposit mempunyai dua fasa berlainan yang dipisahkan oleh dua kawasan yang dinamakan antara muka seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3. Daya sentuhan dan daya kohesif pada bahagian antara muka amat penting. Hal ini kerana, antara muka pengisi-matriks ialah bahagian yang memindahkan tegasan daripada fasa matriks kepada fasa pengukuhan atau fasa tersebar. Keberkesanan pemindahan tegasan bergantung kepada daya ikatan yang wujud pada antara muka. Terdapat pelbagai teori yang menerangkan pengikatan antara muka dan kebanyakannya melibatkan ikatan secara kimia atau mekanik (Ismail, 2004).



Rajah 3: Antara muka antara gentian dan matriks. Diambil daripada Shawkataly and Rozman, (2004)

2.2.2 Faktor-faktor penting dalam pemilihan matriks

Ketoksikan adalah kandungan bahan kimia di dalam matriks yang boleh memberi kesan buruk kepada manusia dan juga alam sekitar. Contohnya matriks poliester mengandungi stirena yang merupakan punca utama pengawalan yang ketat terhadap bahan yang terbebas keluar semasa proses penghasilan komposit. Malahan matriks epoksi pula secara umumnya tidak mendatangkan masalah kepada pencemaran udara tetapi lebih cenderung dengan menyebabkan kegatalan pada kulit.

Keserasian matriks bergantung kepada kaedah atau proses penghasilan komposit. Terdapat beberapa perkara yang perlu diambil kira semasa proses penghasilan komposit iaitu kelikatan matriks dan juga masa pematangan. Suhu dan masa pematangan bergantung kepada jenis matriks dan kaedah yang digunakan. Secara umumnya terdapat dua jenis suhu pematangan dalam penghasilan komposit termoset, iaitu sistem pematangan pada suhu bilik dan pematangan suhu tinggi. Sistem yang baik boleh dihasilkan pada suhu lebih daripada 120 °C.

Keserasian dengan gentian (pengisi) adalah faktor yang paling penting dalam sistem penghasilan komposit. Hal ini adalah kerana interaksi di antara matriks dengan pengisi gentian akan memberi kesan kepada sifat-sifat komposit yang dihasilkan. Keserasian yang tinggi antara matriks dan pengisi akan menghasilkan antara muka yang baik. Secara tidak langsung akan meningkatkan luas permukaan untuk berinteraksi antara matriks dan gentian. Keadaan ini akan menyebabkan tegasan yang dikenakan terhadap komposit dapat disebarkan dengan berkesan. Seterusnya menghasilkan sifat-sifat mekanik yang diinginkan.

Kekuatan ikatan matriks dengan gentian perlu diambil kira untuk mengelakkan sifat kerapuhan. Ikatan yang terbentuk di antara matriks dan gentian

akan menyebabkan tegsan yang dikenakan dapat disebarkan secara berkesan. Keadaan ini adalah kerana gentian dapat menyerap tegasan yang dikenakan terhadap komposit.

Pembengkakan ialah kebolehan sesuatu matriks untuk menyerap kandungan lembapan yang terdapat dipersekitaran. Pembengkakan terbahagi kepada dan kadar pembengkakan ketebalan komposit dan kadar penyerapan air. Pembengkakan ketebalan komposit dipengaruhi oleh sifat higroskopik pengisi lignoselulosik tersebut, manakala kadar penyerapan air pula dipengaruhi oleh sifat semula jadi gentian yang mempunyai kumpulan hidroksil dalam dinding sel. Kumpulan hidroksil boleh menyerap kandungan lembapan yang terdapat di persekitaran. Disamping terdapat kumpulan hidroksil, lignin, selulosa dan hemiselulosa juga terdapat di dalam dinding sel. Kandungan air yang diserap akan memberi kesan buruk terhadap sifat-sifat mekanik sesuatu komposit yang dihasilkan. Hemiselulosa adalah matriks sokongan bagi mikrofibril selulosa dan memainkan peranan yang penting dalam menyerap kandungan lembapan bagi lignoselulosik dan ianya terbiodegrasi . Lignin adalah bersifat amorfus yang terdiri daripada polimer yang kompleks dan bersifat hidrofobik (Rowell, 2004).

2.3 Resin Poliester Tak tepu

2.3.1 Sejarah poliester tak tepu

Polimer jenis ini adalah yang pertama terdapat di U.S.A. pada tahun 1946, polimer ini dihasilkan daripada diglikol dan maleik anhidrida. Proses pematangan boleh berlaku sekiranya ia bertindak balas dengan stirena. Polimer telah mendapat perhatian dalam penghasilan gentian kaca terlaminat dengan menggunakan teknik yang tidak melibatkan proses penekanan tinggi. Aplikasi ini terhasil daripada penemuan gentian kaca yang dapat meningkatkan sifat-sifatnya oleh United States Rubber Co. (U.S.A) pada tahun 1942. Produk poliester terlaminat yang diperkuat gentian kaca telah dikomersilkan sekitar tahun 1949 dan bahan-bahan komposit ini telah menjadi antara yang terpenting, khususnya dalam aplikasi rangka bot dan panel bumbung (Saunders et al., 1973)

Robert (1982) menjelaskan teknik tekanan panas telah menjadi teknik yang popular sekitar tahun 1950-an. Teknik ini telah digunakan secara meluas untuk menghasilkan komposit poliester tak tepu yang lebih menjimatkan kos. Poliester tak tepu yang dicairkan oleh stirena telah berjaya dimajukan pada perang dunia kedua. Proses pencairan ini telah dilakukan dengan menggunakan teknik pematangan sejuk dengan menggunakan kaedah tikar lembar pemenggal (chopped strand mat) yang berfungsi sebagai bahan penguat. Seterusnya penyelidikan poliester tak tepu terus dilakukan untuk mendapatkan kaedah yang paling sesuai bagi menghasilkan komposit poliester tak tepu yang mempunyai sifat-sifat akhir yang lebih baik (Saunders et al., 1973)

Gentian kaca telah mendapat perhatian sebagai pengisi dalam menghasilkan komposit poliester tak tepu selepas penemuan kaedah baru iaitu kaedah sebatian

pengacuan pukal (BMC). Hal ini adalah kerana komposit poliester tak tepu yang dihasilkan melalui kaedah ini telah menyediakan sifat-sifat mekanik yang lebih baik. Seterusnya kaedah sebatian pengacuan kepingan (SMC) telah ditemui dan diperkenalkan oleh Bayer lewat 1960-an (Robert, 1982). Yang dan Pascault (1997) menyatakan bahawa kaedah yang popular dan biasa digunakan ialah kaedah BMC dan SMC. Kebiasaannya kaedah SMC memerlukan agen pengikat semasa proses pematangan berlaku. Hal ini adalah kerana agen pengikat berfungsi dalam sistem 'pre-preg' yang memerlukan kelikatan dan keadaan matriks yang cukup bagi memudahkan pengendalian serta mengawal kelikatan untuk proses aplikasi pengisi dilakukan dengan berkesan.

Poliester komposit mempunyai kepelbagaian dalam sifat-sifat serta kegunaannya. Poliester merupakan termoset yang popular digunakan sebagai matriks polimer dalam pembuatan komposit. Matriks poliester telah lama digunakan secara meluas dalam pelbagai bidang, seperti bahan-bahan pembinaan berkaitan dengan tentera laut dan dalam industri pembangunan Callister (2002) dan S.H Aziz *et al.*, (2005)

2.3.2 Penghasilan Resin Poliester

Resin poliester disediakan melalui proses pempolimeran berperingkat bermula dengan glikol, 1,2-propilena glikol (1,2-propanadiol), bersama-sama dengan tapak tepu dan tapak asid tak tepu dikarboksilik. Asid tak tepu menyediakan tapak untuk proses paut silang sepanjang tulang belakang, dan bahan yang biasa digunakan ialah malik anhidrida. Kehadiran tapak asid tepu pula menghadkan proses paut

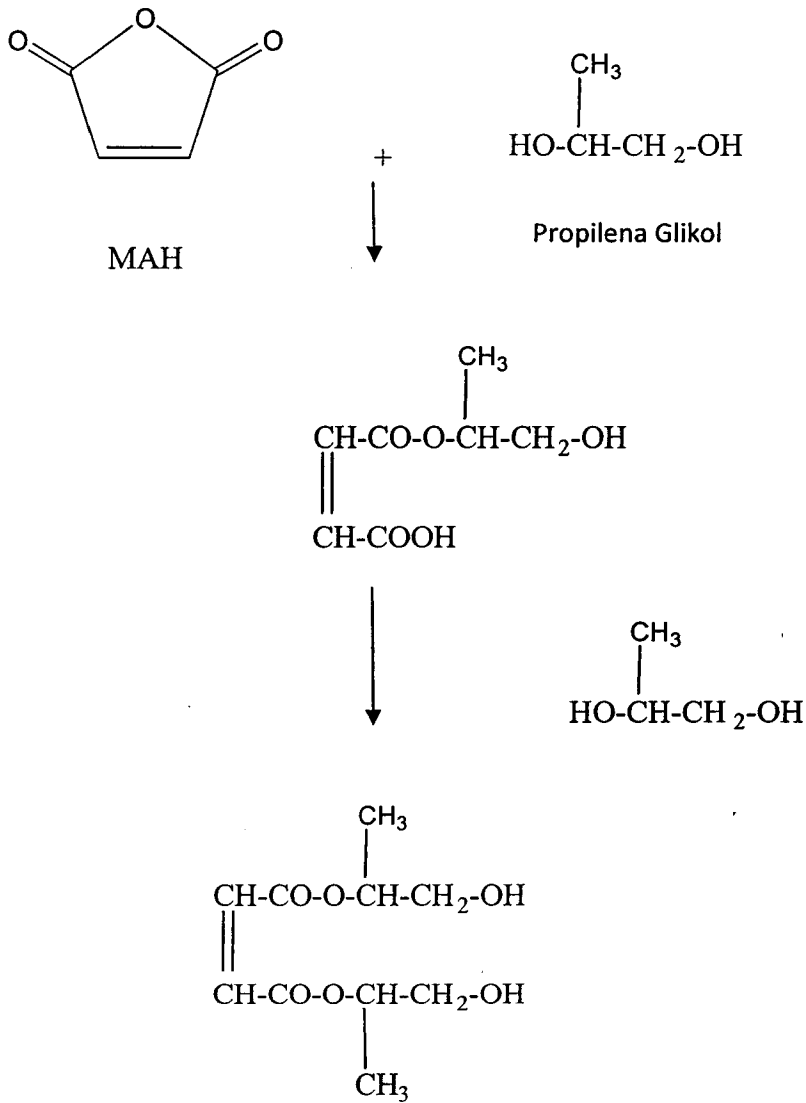
silang. Tapak asid tepu dihadkan agar dapat mengurangkan kerapuhan resin apabila mengalami proses pematangan (Abdel-Azim et al., 1995).

Abdel-Azim *et al.*, (1995) menyatakan glikol menyumbangkan sifat kekerasan dan kelenturan sesuatu resin yang dihasilkan. Kebiasaannya propilena glikol digunakan untuk menyediakan sifat fizikal dan kimia yang lebih baik. Kelenturan resin juga boleh diubahsuai dengan melakukan kondensasi dengan glikol lain. Glikol yang biasa digunakan ialah propilena glikol dan dietilena glikol dapat mengurangkan kemungkinan terbentuknya poliesther berstruktur hablur dan meningkatkan keterlarutan di dalam stirena. Diasid dan glikol akan meruap, menyingkirkan air dan larut di dalam monomer untuk mencapai kelikatan yang sesuai. Vinil monomer yang digunakan ialah stirena, vinil toluena, *p*-metilstirena, metal metakrilat dan di-alil ftalat. Dalam penghasilan prapolimer, campuran ini mengalami proses pempolimeran dengan mengacau bahan-bahan tersebut pada suhu yang tinggi, kebiasaannya pada suhu 150-200 °C. Lebihan diol dapat memudahkan proses pengewapan. Tindak balas pempolimeran memerlukan masa beberapa jam untuk mendapatkan hasil yang memuaskan agar mendapat jisim molar relatif yang betul dan tepat (Rozman, 2002).

Semasa penghasilan prapolimer, larutan yang reaktif biasanya stirena ditambah bersama dengan pencepat radikal bebas untuk membolehkan proses paut silang berlaku. Proses pematangan ini boleh berlaku sama ada pada suhu bilik atau suhu tinggi bergantung kepada keadaan dan proses ini mengambil masa daripada 5 minit sehingga beberapa jam untuk mengalami tindak balas yang lengkap (Weatherhead, 1980).

Biasanya, dalam proses paut silang poliester dan stirena, satu atau dua sistem mangkin digunakan. Bagi proses pematangan pada suhu tinggi, peroksida yang digunakan terurai secara termal dan bertukar menjadi radikal bebas. Antara peroksida yang digunakan ialah benzoil peroksida, 2,4-diklorobenzoil peroksida, di-tert-butil peroksida dan dodesil peroksida. Campuran poliester, stirena dan mangkin pada suhu bilik adalah stabil, tetapi campuran ini akan mengalami proses paut silang yang cepat pada suhu di antara 70-150 °C bergantung kepada jenis peroksida yang digunakan.

Rajah 4 menunjukkan tindak balas penghasilan resin poliester. Tindak balas yang terlibat adalah antara propilena glikol dengan maleik anhidrida yang berlaku dalam dua peringkat. Pada peringkat pertama berlaku tindak balas pengesteran yang menghasilkan kumpulan asid bebas. Peringkat kedua juga berlaku tindak balas pengesteran. Pada peringkat pertama, tindak balas berlaku dengan lebih cepat berbanding peringkat kedua. Hal ini adalah kerana kumpulan anhidrida yang terdapat pada malik anhidrida lebih reaktif berbanding asid bebas. Tindak balas yang berterusan akan berlaku antara diol dan anhidrida untuk menghasilkan poliester yang berbentuk linear.



Rajah 4: Tindak balas penghasilan resin poliester

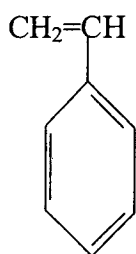
Diambil daripada Rozman Hj. Din (2002)

2.3.3 Monomer

Proses paut silang poliester tak tepu boleh berlaku dengan kehadiran pelarut aktif yang bertindak sebagai agen paut silang. Proses paut silang ini akan menghasilkan jambatan-jambatan antara rantai untuk menghasilkan struktur termoset. Bahan-bahan yang biasa digunakan untuk proses paut silang poliester tak tepu ialah vinil monomer. Stirena ialah monomer yang paling meluas digunakan

untuk tindak balas paut silang dan juga pelarut kepada poliester tak tepu. Hal ini kerana stirena mempunyai sifat-sifat yang menarik iaitu kesesuaian dengan komponen tak tepu dalam rantai polimer, kelikatan yang rendah, senang untuk digunakan dan juga harga yang rendah (Gunduz and Deniz, 1992).

Selain itu, Robert, (1982) menyatakan bahawa stirena juga menyediakan sifat-sifat yang baik dalam komposit terisi gentian kaca, pembebasan gas yang lebih cepat, kerintangan terhadap kekerasan dan goresan yang baik, kerintangan kimia dan kadar penyerapan air yang baik seandainya semua stirena terlibat dalam proses paut silang, serta darjah pematangan yang baik kerana mempunyai puncak eksoterma yang tinggi.



Rajah 5: Monomer Stirena

2.3.4 Pemangkin

Pemangkin merupakan bahan yang digunakan untuk mempercepatkan kadar tindak balas dengan kata lain pemangkin adalah bahan yang merangsang untuk berlaku tindak balas yang bertukar bentuk terlebih dahulu dengan kehadiran bahan atau sumber pencepat. Peroksida merupakan bahan yang terdiri daripada satu atau lebih ikatan O-O. Weatherhead, (1980) menjelaskan pada umumnya peroksida mempunyai struktur ROOR^1 atau ROOH , R^1 dan R mewakili kumpulan bukan

organik atau tak organik. Ikatan O-O yang lemah akan menghasilkan radikal bebas apabila terdedah kepada haba atau cahaya. Radikal bebas ini mempunyai elektron bebas (berpasang) yang sangat reaktif dan mempunyai jangka hayat yang sangat pendek iaitu hanya 10^{-3} saat atau pun kurang. Bagi menghasilkan radikal bebas, peroksida juga boleh mengalami pemindahan elektron yang dikenali sebagai tindak balas redoks. Secara purata sebanyak 30% poliester tak tepu mengalami proses pematangan dengan menggunakan peroksida pada suhu tinggi.

Pemangkin atau pemula berfungsi dengan cara menukar bahan yang tidak aktif kepada bahan yang lebih aktif untuk berlaku proses pematangan. Pemilihan peroksida adalah berdasarkan beberapa perkara yang perlu diambil kira seperti, tekanan yang akan digunakan semasa proses penghasilan komposit, ketebalan dan saiz bahan, jenis perencat yang terdapat di dalam resin, pengisi, sifat semula jadi resin tersebut dan juga suhu yang diperlukan untuk proses pematangan berlaku (Weatherhead, 1980).

2.3.5 Perencat

Perencat ialah suatu bahan yang digunakan untuk untuk menghalang berlakunya proses pempolimeran dalam suatu jangka masa tertentu. Perencat ini juga mampu untuk mempengaruhi darjah pempolimeran sesuatu polimer. Ia juga digunakan untuk menghalang berlakunya proses pempolimeran pramatang atau kehilangan pelarut stirena. Proses paut silang boleh berlaku tanpa had sekiranya resin poliester terdedah kepada cahaya atau haba, keadaan ini akan meningkatkan kelikatan resin tersebut dan akan memberi kesan yang sangat besar semasa proses penghasilan komposit dilakukan. Sekiranya kelikatan resin terlalu tinggi dan

berbentuk gel, ia akan memberi kesan pembasahan terhadap pengisi dan tidak boleh digunakan. Perencat berfungsi dengan cara menyerap radikal bebas dengan menderma atom hidrogen dan akan menghalang berlakunya proses pempolimeran.

Pendedahan terhadap cahaya akan mengaktifkan radikal bebas kerana kehadiran oksigen. Oksigen akan membentuk ikatan dubel dengan stirena seterusnya menghasilkan hidroperoksida yang akan menyebabkan berlakunya proses pempolimeran. Hidroperoksida akan terurai menjadi peroksida dan akan melarut dengan stirena dan membentuk benzaldehid (Jadhav and Kantor, 1988).

2.3.6 Tindak balas pematangan

Tindak balas pematangan poliester tak tepu melibatkan pengkopolimeran paut silang antara $C=C$ stirena dengan tapak $C=C$ pada poliester tak tepu. Proses paut silang akan berlaku antara radikal bebas pada kumpulan tapak tak tepu $C=C$, pada rantai-rantai poliester tak tepu dengan radikal monomer. Keadaan ini akan menghasilkan jambatan antara rantai-rantai poliester tak tepu. Pemula radikal bebas iaitu peroksida akan terurai menjadi radikal bebas dan menyerang $C=C$ yang akan memulakan proses pematangan.

Pematangan poliester tak tepu bergantung kepada jenis peroksida yang digunakan, sama ada proses pematangan memerlukan suhu atau pematangan pada suhu bilik. Contoh proses pematangan yang memerlukan suhu tinggi ialah tert-butil perbenzoat. Tert-butil perbenzoat akan menghasilkan radikal bebas apabila suhu mencapai 110°C . Bagi pematangan pada suhu bilik pula, peroksida yang biasa digunakan ialah Metil Etil Keton Peroksida (MEKP). Semasa proses pematangan berlaku, kadar tindak balas perlu dikawal. Hal ini disebabkan oleh proses paut silang

berlaku terlalu tinggi akan memberikan sifat yang rapuh terhadap poliester tak tepu setelah mengalami proses pematangan. Oleh itu, sifat-sifat pemangkin perlu diambil kira untuk mengetahui kadar penguraiannya kepada radikal bebas. Proses paut silang adalah proses eksotermik, iaitu proses membebaskan haba apabila tindak balas berlaku.

Tindak balas terbahagi kepada 4 jenis iaitu (Liu et al., 1994):

- i. Pembentukan rangkaian makroskopik melalui rangkaian molekul poliester yang berdekatan, iaitu proses paut silang intermolekul dengan atau tanpa melibatkan stirena.
- ii. Proses yang dikenali sebagai intramolekul ini adalah tindak balas dengan atau tanpa stirena, proses ini akan meningkatkan ketumpatan dan mengurangkan saiz gelung poliester, tetapi proses ini tidak terlibat dalam pembentukan makroskopik.
- iii. Proses tindak balas menghasilkan molekul poliester yang bercabang, proses ini menggunakan unit paut silang dan kemungkinan saiz gelung poliester dapat ditingkatkan sedikit tetapi proses ini tidak terlibat dalam pembentukan rangkaian polimer.
- iv. Proses tindak balas homopolimer stirena bebas yang menghasilkan segmen terlarut yang terlibat dalam pembentukan rangkaian polimer.